

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-180456

(43)Date of publication of application : 30.06.2000

(51)Int.Cl.

G01N 35/08

(21)Application number : 10-357312

(71)Applicant : YOKOGAWA ELECTRIC CORP

(22)Date of filing : 16.12.1998

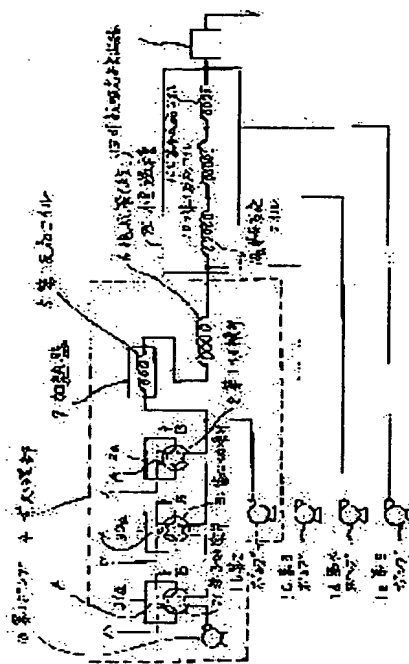
(72)Inventor : MURAYAMA TAKESHI
OHARA HISAKI
AOYAMA YOSHIJI

(54) AUTOMATIC ANALYZER

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To correct at each cycle by switching a directional control valve when each predetermined time is elapsed, continuously pouring a sample liquid, and pouring a standard sample at each end of one cycle.

SOLUTION: In the case of analyzing a sample liquid, a first directional control valve 2 is switched as indicated by a broken line, and the liquid trapped with a metering tube 2a is conveyed to a visible absorption detector 15 side. After a predetermined time is elapsed, the valve 2 is returned to the state of a solid line, and a second directional control valve 30 is switched as indicated by a broken line. As a result, a sample liquid trapped with a metering tube 30a is conveyed to the detector 15 side. Further, after a predetermined time is elapsed, the valve 30 is returned to the state of the solid line. A third directional control valve 31 is switched as indicated by a broken line, a sample liquid trapped with a metering tube 31a is conveyed to the detector 15 side. Thus, the detector 15 analyzes at each pouring timing, and its analyzing time can be shortened.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

01.07.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

3149867

[Date of registration]

19.01.2001

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2000-180456
(P2000-180456A)

(43) 公開日 平成12年6月30日 (2000.6.30)

(51) IntCl.⁷
G 0 1 N 35/08

識別記号

F I
G 0 1 N 35/08

テームト (参考)
C 2 G 0 5 8

審査請求 有 請求項の数 1 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平10-357312

(22) 出願日 平成10年12月16日 (1998. 12. 16)

(71) 出願人 000006507

横河電機株式会社

東京都武蔵野市中町2丁目9番32号

(72) 発明者 村山 健

東京都武蔵野市中町2丁目9番32号 横河
電機株式会社内

(72) 発明者 大原 寿樹

東京都武蔵野市中町2丁目9番32号 横河
電機株式会社内

(72) 発明者 青山 佳司

東京都武蔵野市中町2丁目9番32号 横河
電機株式会社内

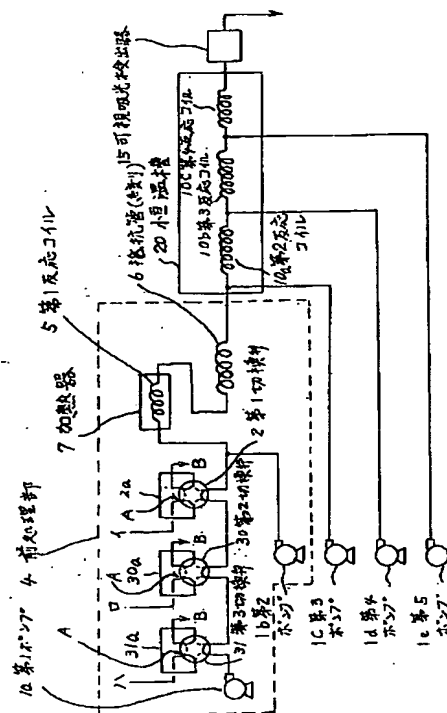
Fターム (参考) 2G058 BB15 DA00 EA19 EC02 EC03
EC08 FA07 GA06 GE02

(54) 【発明の名称】 自動分析装置

(57) 【要約】

【課題】 簡単な構成で分析時間の短縮化を図ることができる自動分析装置を提供する。

【解決手段】 計量管付き切換弁でサンプル液を計量し、計量したサンプル液を後段に配置された分析手段に搬送して前記サンプル液に含まれる測定成分を分析するようにした自動分析装置において、複数のサンプル液を導入するに際しては、前記計量管付き切換弁を複数個設け、それぞれの計量管で予め計量したサンプル液を前記後段に配置された分析手段に搬送するように構成した。



BEST AVAILABLE COPY

【特許請求の範囲】

【請求項 1】計量管付き切換弁でサンプル液を計量し、計量したサンプル液を後段に配置された分析手段に搬送して前記サンプル液に含まれる分析成分を分析するようにした自動分析装置において、複数のサンプル液を導入する際には、前記計量管付き切換弁を複数個設け、それぞれの計量管で予め計量したサンプル液を前記後段に配置された分析手段に搬送するように構成したことを特徴とする自動分析装置。

【請求項 2】複数のサンプル供給弁からのサンプル液はタイミングをずらして後段に配置された分析手段に搬送するように構成したことを特徴とする請求項 1 記載の自動分析装置。

【請求項 3】複数のサンプル供給弁のサンプルループの容量を供給弁毎に異なるものとしたことを特徴とする請求項 1 記載の自動分析装置。

【請求項 4】複数のサンプル供給弁の少なくとも一つに標準サンプルを注入し、この標準サンプルの出力に基づいてサンプル液の補正を行なうようにしたことを特徴とする請求項 1 記載の自動分析装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、複数のサンプルを自動分析する装置に関し、測定時間の短縮を図った装置に関するものである。

【0002】

【従来の技術】図 3 は従来の自動分析装置の一実施例を鉄分分析に応用した構成図である。図において、1 a は図示しない液槽から搬送液（例えば純水）を送出する第 1 ポンプであり、1 b は図示しない液槽から第 1 反応液（例えば 1 規定の塩酸）を送出する第 2 ポンプ、1 c は図示しない液槽から第 2 反応液（還元剤；例えば塩酸ヒドロキシルアミン 10% 溶液）を送出する第 3 ポンプ、1 d は図示しない液槽から発色液（例えば T P T Z (2, 4, 6-トリ-2-ピリジル-1, 3, 5-トリアジン) 0.001 mol/l 溶液）を送出する第 4 ポンプ、1 e は図示しない液槽から緩衝液（例えば酢酸アンモニウム 50% 溶液）を送出する第 5 ポンプである。

【0003】2 はサンプル液（若しくは標準液）を注入する場合に使用する切換弁である。計量管 3 a の一部は耐薬品性があり、高温、高圧に耐えるポリエーテルエーテルケトン (PEEK) 等の第 1 反応コイル 5 で構成されている。7 は第 1 反応コイル 5 内に封じ込まれた液体を加熱する加熱手段（例えばマイクロ波加熱器）である。

【0004】なお、加熱手段としてマイクロ波加熱器を使用する場合は、加熱器内にマグネトロン自己加熱を防ぐための保護用の水循環チューブ（内径 4 mm、長さ数 m 程度…図示せず）を配置しておく。この第 1 反応コイルの後段には絞りとしての抵抗管 6 が接続されてい

る。この抵抗管は例えば内径 0.2 mm、長さ 5~10 m 程度のもので冷却管としても機能する。上記第 1、第 2 ポンプ (1 a, 1 b)、切換弁 2~抵抗管 6 までは前処理部 4 として機能する。

【0005】10 a は抵抗管 6 の後段に配置された第 2 反応コイルであり、このコイルの前段には第 3 ポンプ 1 c からの還元剤が注入される。10 b は第 2 反応コイルの後段に接続された第 3 反応コイルであり、このコイルの前段には第 4 ポンプ 1 d からの発色液が注入される。10 c は第 3 反応コイル 10 b の後段に配置された第 4 反応コイルであり、このコイルの前段には第 5 ポンプ 1 e からの緩衝剤が注入される。

【0006】15 は第 4 反応コイル 10 c の後段に配置され鉄分の検出を行う可視吸光検出器であり、上記発色試薬、発色条件を用いた場合の検出器 15 の検出波長は 596 nm 付近に設定する。なお、反応コイル 10 a, 10 b, 10 c は測定値の再現性を向上させるために 40℃ 程度の恒温槽 20 に収納されている。また、図では省略するが第 1、第 2 切換弁の切換えのタイミングを自動的に制御する制御装置を有している。

【0007】上記の構成において第 1 ポンプ 1 a からの純水は第 1、第 2 切換弁 2 の実線の経路を経て第 1 反応コイル 5、抵抗管 6、第 2~第 4 反応コイル 10 a, 10 b, 10 c を通り可視吸光検出器 15 側へ流れしており、第 2~第 5 ポンプ 1 a~1 e からの反応液も所定の量と濃度で注入されている。この時サンプル液は第 1 切換弁 2 の矢印 A に注入され実線に沿って流れ計量管 2 a を介して矢印 B 方向に排出されている。この時第 1 反応コイル 5 を通過する混合液は抵抗管 6 により 5~40 kgf/cm² 程度に昇圧されている。また、各反応チューブは内径 0.5 mm、長さ数 m 程度の ETFE チューブとし、各ポンプの吐出量はそれぞれ毎分 0.1~2.0 ml 程度の適当な量とされる。

【0008】次に所定のタイミングで第 1 切換弁 2 が点線で示す経路に切換わると純水は計量管 2 a を流れていたサンプル液を取り込んで流れる。サンプル液を取り込んだ純水は第 2 ポンプ 1 b から注入された第 1 反応液と共に第 1 反応コイル 5 へと所定の速度で流れる。

【0009】サンプル液は加熱器 7 により 100℃ 以上で所定の時間（例えば 1 分）加熱されるが上述のように 5~40 kgf/cm² 程度に加圧されているので沸騰することはない。この加熱器 7 での加熱はマイクロ波加熱を用いる場合は必要に応じてオンオフするが、電熱抵抗線を用いた加熱器の場合は常時加熱状態としておくものとし、何れの場合も鉄粒子が十分に酸溶解される程度の加熱条件とする。

【0010】

【発明が解決しようとする課題】ところで、上記従来の構成において、複数箇所イ、ロ、ハからのサンプル液を連続して測定する場合、はじめ（イ）のストップ弁 30

cを開にして(ロ)、(ハ)のストップ弁を閉とする。

【0011】そして(イ)のサンプル液を第1切換弁2に導入し、先に述べた順序で分析を行ない、次に(ロ)のサンプルを分析する場合はストップ弁30bを開、

(イ)、(ハ)のストップ弁30a、30cを閉にして同様に分析を行なう。次に(ハ)のサンプル液の分析を行なう場合も同様である。

【0012】しかしながら、上記の分析法においては、3種類(イ、ロ、ハ)のサンプル液を一つの切換弁2を用いて行なっているため3種類の分析が終了するまで時間がかかるという問題があった。図4は(イ)液を注入し、これが純水に搬送されて検出器15に達して分析が行なわれた後、(ロ)液が計量管2aに取入れられ、これが分析された後、(ハ)液が計量管2aに取入れられて分析したタイムチャートを示すものである。

【0013】図に示すように、一つの液体の分析に例えば5分かかるとすると(イ)液を注入してから(ハ)液の分析完了までは15分かかることになる。なお、3箇所のサンプルイ、ロ、ハに対して3つの検出器を備えれば分析速度は速まるがコストが高くなるという問題がある。

【0014】

【課題を解決するための手段】このような目的を達成するために本発明では、請求項1においては、計量管付き切換弁でサンプル液を計量し、計量したサンプル液を後段に配置された分析手段に搬送して前記サンプル液に含まれる測定成分を分析するようにした自動分析装置において、複数のサンプル液を導入するに際しては、前記計量管付き切換弁を複数個設け、それぞれの計量管で予め計量したサンプル液を前記後段に配置された分析手段に搬送するように構成したことを特徴とする。

【0015】請求項2においては、請求項1記載の自動分析装置において、複数のサンプル供給弁からのサンプル液はタイミングをずらして後段に配置された分析手段に搬送するように構成したことを特徴とする。請求項3においては、請求項1記載の自動分析装置において、複数のサンプル供給弁のサンプルループの容量を供給弁毎に異なるものとしたことを特徴とする。

【0016】請求項4においては、請求項1記載の自動分析装置において、複数のサンプル供給弁の少なくとも一つに標準サンプルを注入し、この標準サンプルの出力に基づいてサンプル液の補正を行なうようにしたことを特徴とする。

【0017】

【発明の実施の形態】以下図面を用いて本発明を詳しく説明する。図1は本発明の実施の形態の一例を示す概略構成図である。

【0018】なお、図3と同一要素には同一符号を付して重複する説明は省略する。本発明と図3に示す従来例とでは切換弁30、31を付加した点のみが異なる。図

1において、2、30、31は濃度の異なるサンプル(イ)～(ハ)液を導入する切換弁であり、非測定状態では実線で示すように接続されて矢印Aで示す接続口から計量管(2a、30a、31a)を経由してBで示す排出口に排出されている。その間第1ポンプ1aからの純水は実線のように流れている。

【0019】そして(イ)のサンプル液を分析する場合は第1切換弁2が点線で示すように切り替わり、計量管2aにトラップされたサンプル液イが純水により可視吸光検出器15側に搬送される。

【0020】(イ)のサンプル液が検出器15側に搬送されて所定の時間が経過したら、第1切換弁2を実線の状態に戻し、第2切換弁30を点線で示すように切り替える。その結果、今度は、計量管30aにトラップされた(ロ)のサンプル液が純水により可視吸光検出器15側に搬送される。

【0021】更に所定の時間が経過したら、第2切換弁30を実線の状態に戻し、第3切換弁31を点線で示すように切り替える。その結果、今度は、計量管31aにトラップされた(ハ)のサンプル液が純水により可視吸光検出器15側に搬送される。

【0022】図4は本発明による分析のタイムチャートを示すもので、ここでは時間零で(イ)のサンプル液が注入され、その後1.5分経過したら(ロ)のサンプル液が注入され、更に3分経過したら(ハ)の液が注入され、5分を1サイクルとして3種類の液を注入する。その結果、検出器15では注入タイミング毎に分析が行われるので、5分を1サイクルとして分析することが可能となる。

【0023】なお、サンプル液の濃度が異なるような場合には同じ計量管の容量が同じとすると薄い濃度の場合には感度が悪くなるという問題がある。そのような場合は計量管の容量を大きくしたり、小さくしたりして所望の感度が得られるようにすることができる。

【0024】また、液の種類が更に増え、かつ、濃度(出力)に差がないような場合、サンプル液と出力の対応付けがわからなくなる場合がある。そのようなときは1サイクル毎に既知の濃度の標準液を注入し、サンプル液との対応づけを行なうとともに校正も行なうことができる。

【0025】なお、本発明の以上の説明は、説明および例示を目的として特定の好適な実施例を示したに過ぎない。したがって本発明はその本質から逸脱せずに多くの変更、変形をなし得ることは当業者に明らかである。例えば、測定対象は全鉄に限ることなく他の成分測定であってもよい。また、サンプル液の数も増減可能である。特許請求の範囲の欄の記載により定義される本発明の範囲は、その範囲内の変更、変形を包含するものとする。

【0026】

【発明の効果】以上説明したように本発明によれば、計

量管付き切換弁でサンプル液を計量し、計量したサンプル液を後段に配置された分析手段に搬送して前記サンプル液に含まれる測定成分を分析するようにした自動分析装置において、複数のサンプル液を導入するに際しては、前記計量管付き切換弁を複数個設け、それぞれの計量管で予め計量したサンプル液を前記後段に配置された分析手段に搬送するように構成したので、簡単な構成で分析時間の短縮化を図ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】 本発明に係る自動分析装置の実施の形態の一例を示す構成図である。

【図 2】 本発明の装置を用いて測定した場合の検出器の出力状態を示す説明図である。

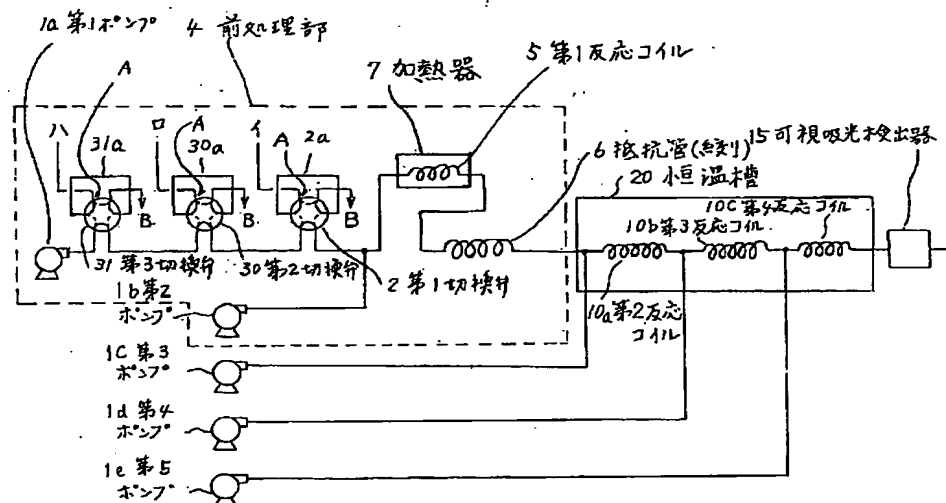
【図 3】 従来の自動分析装置の一例を示す構成図である。

【図 4】 従来の装置で測定した場合の検出器の出力状態を示す構成図である。

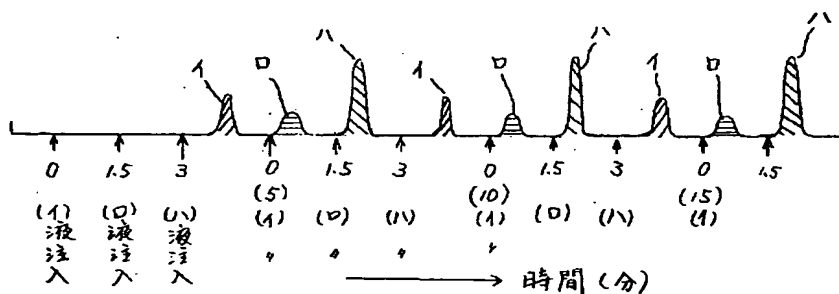
【符号の説明】

1a~1e	第1~第5ポンプ
2	第1切換弁
30	第2切換弁
31	第3切換弁
2a, 30a, 31a	計量管
4	前処理装置
5	第1反応コイル
6	抵抗管
7	加熱器
10a~10c	第2~第4反応コイル
15	可視吸光検出器
20	恒温層

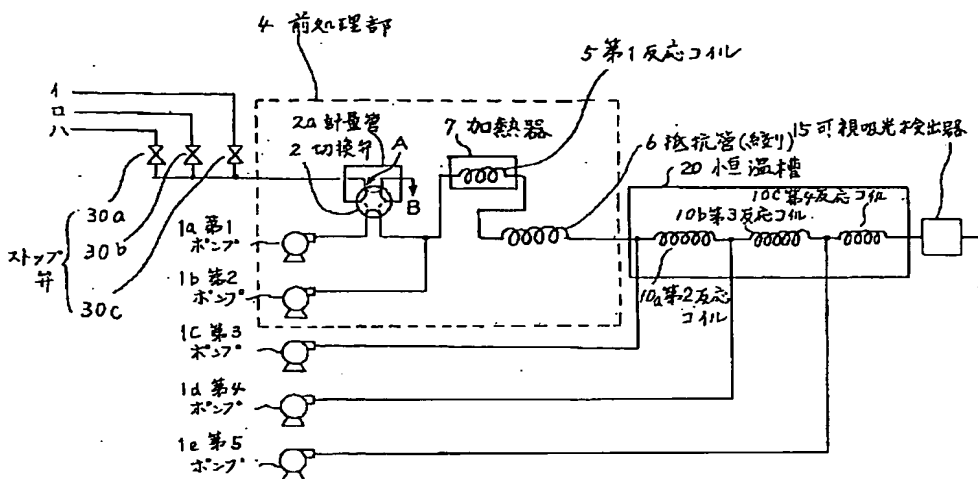
【図 1】



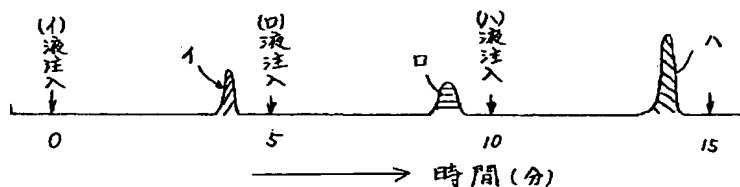
【図 2】



【図 3】



【図 4】



【手続補正書】

【提出日】平成 11 年 11 月 9 日 (1999. 11. 9)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

【補正方法】変更

【補正内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】計量管付き切換弁でサンプル液を計量し、計量したサンプル液を後段に配置された分析手段に搬送して前記サンプル液に含まれる分析成分を分析するようにした自動分析装置において、複数のサンプル液を導入するに際しては、サンプル液の濃度に対応したサンプル量を採取する計量管を有する計量管付き切換弁を複数個設け、予め定めた最短のタイミングでそれぞれのサンプル液を連続して注入し、全てのサンプル液の注入終了後一定時間ごとに標準サンプルを注入するようにしたことを特徴とする自動分析装置。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0003

【補正方法】変更

【補正内容】

【0003】2 はサンプル液 (若しくは標準液) を注入する場合に使用する切換弁である。計量管 2 a の一部は耐薬品性があり、高温、高圧に耐えるポリエーテルエーテルケトン (PEEK) 等の第 1 反応コイル 5 で構成されている。7 は第 1 反応コイル 5 内に封じ込まれた液体を加熱する加熱手段 (例えばマイクロ波加熱器) である。

【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0006

【補正方法】変更

【補正内容】

【0006】15 は第 4 反応コイル 10 c の後段に配置され鉄分の検出を行う可視吸光検出器であり、上記発色試薬、発色条件を用いた場合の検出器 15 の検出波長は 596 nm 付近に設定する。なお、反応コイル 10 a, 10 b, 10 c は測定値の再現性を向上させるために 40℃ 程度の恒温槽 20 に収納されている。また、図では省略するが切換弁 2 の切換えのタイミングを自動的に制

御する制御装置を有している。

【手続補正 4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0007

【補正方法】変更

【補正内容】

【0007】上記の構成において第1ポンプ1aからの純水は切換弁2の実線の経路を経て第1反応コイル5、抵抗管6、第2～第4反応コイル10a、10b、10cを通り可視吸光検出器15側へ流れており、第2～第5ポンプ1b～1eからの反応液も所定の量と濃度で注入されている。この時サンプル液は切換弁2の矢印Aに注入され実線に沿って流れ計量管2aを介して矢印B方向に排出されている。この時第1反応コイル5を通過する混合液は抵抗管6により $5 \sim 40 \text{ kg f/cm}^2$ 程度に昇圧されている。また、各反応チューブは内径0.5 mm、長さ数m程度のETFEチューブとし、各ポンプの吐出量はそれぞれ毎分0.1～2.0 ml程度の適当な量とされる。

【手続補正 5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0008

【補正方法】変更

【補正内容】

【0008】次に所定のタイミングで切換弁2が点線で示す経路に切換わると第1ポンプ1aから送出される純水は計量管2aを流れていたサンプル液を取り込んで流れる。サンプル液を取り込んだ純水は第2ポンプ1bから注入された第1反応液と共に第1反応コイル5へと所定の速度で流れる。

【手続補正 6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0011

【補正方法】変更

【補正内容】

【0011】そして（イ）のサンプル液を切換弁2に導入し、先に述べた順序で分析を行ない、次に（ロ）のサンプルを分析する場合はストップ弁30bを開、

（イ）、（ハ）のストップ弁30a、30cを閉にして同様に分析を行なう。次に（ハ）のサンプル液の分析を

行なう場合も同様である。

【手続補正 7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0014

【補正方法】変更

【補正内容】

【0014】

【課題を解決するための手段】このような目的を達成するために本発明は、計量管付き切換弁でサンプル液を計量し、計量したサンプル液を後段に配置された分析手段に搬送して前記サンプル液に含まれる分析成分を分析するようにした自動分析装置において、複数のサンプル液を導入するに際しては、サンプル液の濃度に対応したサンプル量を採取する計量管を有する計量管付き切換弁を複数個設け、予め定めた最短のタイミングでそれぞれのサンプル液を連続して注入し、全てのサンプル液の注入終了後一定時間ごとに標準サンプルを注入するようにしたことを特徴とする。

【手続補正 8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0015

【補正方法】削除

【手続補正 9】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0016

【補正方法】削除

【手続補正 10】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0026

【補正方法】変更

【補正内容】

【0026】

【発明の効果】複数のサンプル液を導入するに際しては、サンプル液の濃度に対応したサンプル量を採取する計量管を有する計量管付き切換弁を複数個設け、予め定めた最短のタイミングでそれぞれのサンプル液を連続して注入し、全てのサンプル液の注入終了後一定時間ごとに標準サンプルを注入するようにしたので、濃度によらず所望の感度を得ることができ、簡単な構成で分析時間の短縮化を図ることができる。

【手続補正書】

【提出日】平成12年3月3日（2000. 3. 3）

【手続補正 1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

【補正方法】変更

【補正内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】計量管付き切換弁でサンプル液を計量し、計量したサンプル液を後段に配置された分析手段に搬送して前記サンプル液に含まれる分析成分を分析するようにした自動分析装置において、複数のサンプル液を導入するに際しては、サンプル液を採取する前記切換弁を複数個設け、所定の時間経過毎に前記切換弁を切換えてサンプル液を連続して注入し、1サイクル終了ごとに標準

サンプルを注入するようにしたことを特徴とする自動分析装置。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0014

【補正方法】変更

【補正内容】

【0014】

【課題を解決するための手段】このような目的を達成するために本発明は、計量管付き切換弁でサンプル液を計量し、計量したサンプル液を後段に配置された分析手段に搬送して前記サンプル液に含まれる分析成分を分析するようにした自動分析装置において、複数のサンプル液を導入するに際しては、サンプル液を採取する前記切換弁を複数個設け、所定の時間経過毎に前記切換弁を切換えてサンプル液を連続して注入し、1サイクル終了ごと

に標準サンプルを注入するようにしたことを特徴とする。

【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0026

【補正方法】変更

【補正内容】

【0026】

【発明の効果】複数のサンプル液を導入するに際しては、サンプル液を採取する前記切換弁を複数個設け、所定の時間経過毎に前記切換弁を切換えてサンプル液を連続して注入し、1サイクル終了ごとに標準サンプルを注入するようにしたので、サンプル液との対応づけができ1サイクル毎に校正を行うことができ、簡単な構成で分析時間の短縮化を図ることができる。